

(19) 日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-131575

(P2004-131575A)

(43) 公開日 平成16年4月30日 (2004.4.30)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

C08L 101/00  
C08J 5/18  
C08L 91/06  
// C08L 101/16

F I

C08L 101/00 ZBP  
C08J 5/18 CEQ  
C08L 91/06  
C08L 101/16

テーマコード (参考)

4F071  
4J002  
4J200

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2002-296844 (P2002-296844)  
(22) 出願日 平成14年10月10日 (2002.10.10)

(71) 出願人 000000918  
花王株式会社  
東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番1  
O号  
(74) 代理人 100076532  
弁理士 羽島 修  
(74) 代理人 100101292  
弁理士 松嶋 善之  
(72) 発明者 一色 信之  
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株  
式会社研究所内  
(72) 発明者 小田嶋 信吾  
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株  
式会社研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 生分解性の組成物の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 基材フィルムの表面に造膜した後に該基材フィルムとともに延伸成形を施してもその防湿性の低下を抑えることができ且つ該基材フィルムとの接着性に優れる生分解性の組成物の製造方法を提供すること。

【解決手段】 溶媒に生分解性のワックス及び生分解性の樹脂を溶解させて該ワックス及び該樹脂を混合した後、該溶媒を除去して生分解性の組成物を得る。前記樹脂は、天然ゴム又は合成イソプレングムであることが好ましい。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

溶媒に生分解性のワックス及び生分解性の樹脂を溶解させて該ワックス及び該樹脂を混合した後、該溶媒を除去する生分解性の組成物の製造方法。

## 【請求項 2】

前記樹脂が天然ゴム又は合成イソプレンゴムである請求項 1 に記載の生分解性の組成物の製造方法。

## 【請求項 3】

溶媒に生分解性のワックス及び生分解性の樹脂を溶解させて該ワックス及び該樹脂を混合した後、該溶媒を除去して得られた生分解性の組成物に延伸操作を施す生分解性のフィルム

10

## 【請求項 4】

延伸可能なフィルムと共に延伸操作を施す請求項 3 に記載の生分解性のフィルムの製造方法

。

## 【請求項 5】

前記樹脂が天然ゴム又は合成イソプレンゴムである請求項 3 又は 4 に記載の生分解性フィルムの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

20

本発明は、生分解性の組成物の製造方法に関わり、特に、防湿性に優れた生分解性の積層フィルムの形成に好適な生分解性の組成物の製造方法に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

近年、環境問題に配慮して生分解性のフィルムを用いた各種包装材が提案されている（例えば、下記特許文献 1 参照）。しかし、従来の生分解性のフィルムは、防湿性に劣るため、防湿性が要求される包装材に適用することは困難であった。そこで生分解性のフィルムの表面にアルミニウムやシリカなどを蒸着させて蒸着膜を形成することでフィルムの防湿性を高める試みもなされているが、蒸着膜が生分解性に影響を与えるほか、蒸着膜を形成した後延伸成形を施すと蒸着膜が破壊されたりするため、延伸成形後に蒸着を行う必要があり、生分解性のフィルムの成形方法として実用の域に達していない。

30

## 【0003】

ところで、天然ワックスや分子量の比較的小さな石油ワックスには生分解性があることが知られている。ワックスは以前より防湿剤として広く用いられており、例えば、下記特許文献 2 には、ワックスエマルジョンと合成ゴムエマルジョンを配合してなる水性エマルジョンを紙に塗工した防湿層が開示されている。従って、合成エマルジョンとして、生分解性を有するポリイソプレンや天然ゴムを用いれば生分解性の防湿層を得ることはできる。

## 【0004】

しかし、前述の防湿層は、ワックスとゴムがそれぞれのエマルジョン中に分散していた粒子サイズで混合しているに過ぎず、十分に相溶していないため、例えば、紙カップなど既に成形された容器に塗工した場合には防湿層として機能しても、容器を曲げたとき等の変形によって防湿性が低下しやすく、性能面で不十分となり、また、この水性エマルジョンを用いて他の生分解性フィルムの表面に合成ゴムとワックスの混合物からなる膜を形成し、その後、該他の生分解性フィルムとともに延伸成形を施すと、該混合物からなる層が均一に延伸されず、防湿性能が低下するという課題を有していた。

40

また、下記特許文献 3 には、溶融状態にある生分解性樹脂を溶剤で溶融状態にしておき、これをトレーに塗布して保護層を形成する技術が開示されているが、この技術は、上述したフィルムの延伸に伴う防湿性の劣化の課題を解決し得るものではない。

## 【0005】

## 【特許文献 1】

50

特許第 3 1 7 8 6 9 号公報

【特許文献 2】

特開昭 5 9 - 6 6 5 9 8 号公報

【特許文献 3】

特開平 1 1 - 1 7 1 2 3 8 号公報

【0006】

従って、本発明の目的は、基材フィルムの表面に造膜した後に該基材フィルムとともに延伸成形を施しても十分な防湿性を有するフィルムを得ることができ且つ該基材フィルムとの接着性に優れる生分解性の組成物の製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、所定の方法により混合した生分解性のワックスと生分解性の樹脂とが相溶した組成物が上記目的を達成し得ることを知見した。

【0008】

本発明は、上記知見に基づきなされたものであり、溶媒に生分解性のワックス及び生分解性の樹脂を溶解させて該ワックス及び該樹脂を混合した後、該溶媒を除去する生分解性の組成物の製造方法を提供するものである。

【0009】

また、本発明は、溶媒に生分解性のワックス及び生分解性の樹脂を溶解させて該ワックス及び該樹脂を混合した後、該溶媒を除去して得られた生分解性の組成物に延伸操作を施す生分解性のフィルムの製造方法を提供するものである。

【0010】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を、その好ましい実施形態に基づいて説明する。

【0011】

本発明の生分解性の組成物の製造方法は、溶媒に生分解性のワックス及び生分解性の樹脂を溶解させて該ワックス及び該樹脂を混合した後、該溶媒を除去して組成物を得るものである。

【0012】

前記生分解性のワックスと、前記生分解性の樹脂の配合割合は特に制限はないが、生分解性のワックス 100 重量部に対し、（該ワックスに相溶した）生分解性の樹脂を 5 ～ 50 重量部含んでいることが好ましい。前記生分解性のワックスに対し生分解性の樹脂を 5 重量部未満しか含んでいないと組成物を基材フィルム等の表面に造膜して延伸操作を施したときに、該組成物が均一に延伸されにくくなる場合があり、50 重量部を超えて含んでいると組成物の防湿性が低下する場合がある。

本発明に係る組成物を造膜して得られるフィルムは、特に防湿性に優れるため、防湿性に劣る従来の生分解性のフィルムと積層し、防湿性の要求される容器等に好適に使用できる。

【0013】

前記生分解性のワックスには、植物系ワックス、動物系ワックス、石油系ワックス等を用いることができる。

該植物系ワックスとしては、ライスワックス、カルナバワックス、キャンデリラワックス等が挙げられ、これらの中でも組成物に柔軟性と基材フィルム等への接着性を与える点からキャンデリラワックスが好ましい。

該動物系ワックスとしては、みつろう、ラノリン、鯨ろう等が挙げられ、これらの中でも組成物に柔軟性と基材フィルム等への接着性を与える点からみつろうが好ましい。

該石油系ワックスとしては、マイクロクリスタリンワックス、パラフィンワックス等が挙げられ、これらの中でも組成物に柔軟性と基材フィルム等への接着性を与える点からマイクロクリスタリンワックスが好ましい。

【0014】

10

20

30

40

50

また、前記ワックスは、通常の使用環境下でワックスが融解して組成物が流動しない点から、融点が40℃以上であるものが好ましく、60℃以上であるものがより好ましい。

【0015】

前記ワックスには、生分解度（JIS K6950）が50%以上のものを用いることが好ましく、60%以上のものを用いることがより好ましい。

【0016】

前記生分解性の樹脂は、前記生分解性のワックスを溶解させ得る溶媒に溶解可能なものであれば特に制限はない。該生分解性の樹脂としては、天然ゴム、合成イソプレンゴム、ポリカプロラクトン、ポリブチレンサクシネート、ポリエチレンサクシネート、ポリブチレンアジペート、ポリ乳酸、ポリグリコール酸又は／及びこれらの混合物若しくは共重合体が挙げられる。

10

そして、これらの中でも前記生分解性のワックスと相溶し易く、共通の溶媒が多い点から特に天然ゴム又は合成イソプレンゴムが好ましい。

前記生分解性の樹脂は、単独で使用することもでき、二種以上を併用することもできる。

【0017】

本発明の生分解性の組成物には、前記生分解性ワックスへの前記生分解性の樹脂の相溶性に影響を与えない範囲で、シリカ等の無機物を含ませることもできる。

【0018】

本発明の生分解性の組成物は、前記生分解性のワックスに前記生分解性の樹脂が相溶しており、各成分のドメインが殆どないため、これを用いて生分解性のフィルムの表面に層を形成して積層フィルムとし、該積層フィルムに延伸成形を施しても前記生分解性の組成物の層に破壊が起こりにくい。従って、延伸成形の前後において、防湿性に殆ど差がない防湿性に優れた積層フィルムを得ることができる。

20

【0019】

前記溶媒としては、前記生分解性のワックス及び前記生分解性の樹脂を溶解し得るものであれば特に制限はない。該溶媒としては、ヘキサン、ヘプタン等の脂肪族炭化水素、ベンゼン、クロロホルム、ジクロロメタン等有機溶媒が挙げられる。そしてこれらの中でも、有害性が低く、適切な沸点を有する点からヘプタンが好ましい。該溶媒は、単独で又は二種以上を混合して用いることもできる。また、前記生分解性のワックスと前記生分解性の樹脂とを別々に溶解させる場合、その溶媒は同一であることが好ましいが、異種の溶媒であってもよい。

30

【0020】

前記溶媒に前記生分解性のワックス及び樹脂を溶解させて混合する場合には、前記生分解性のワックス及び生分解性の樹脂を前記溶媒に別々に溶解した後に混合してもよく、何れか一方を先に溶媒に溶解させた後、該溶媒にさらに他方を添加して溶解させもよいが、生分解性のワックスと生分解性の樹脂を均一に混合し易い点から前記溶媒に前記生分解性の樹脂を溶解させた後に前記生分解性のワックスを溶解させることが好ましい。

【0021】

前記溶媒又は該溶媒に前記生分解性の樹脂を溶解させたものに、前記生分解性のワックスを溶解させる場合には、ワックスの溶解度を上げ、使用する溶媒量を抑える点から該溶媒又は該溶媒に前記生分解性の樹脂を溶解させたものを加熱し、攪拌しながら溶解させることが好ましい。この場合の温度は、40～160℃が好ましく、60～120℃がより好ましい。温度が高すぎると生分解性のワックスや生分解性の樹脂の分解、低分子化が起こる場合があり、低すぎるとワックスが十分溶解しない場合がある。

40

【0022】

次に、前記溶媒に前記生分解性のワックス及び樹脂を溶解させた混合物から該溶媒を除去し、生分解性の組成物を得る。該溶媒を除去する場合には組成物から十分に溶媒を除去する点から加熱して行うことが好ましく、さらに減圧下で行うことが好ましい。

【0023】

本発明の生分解性の組成物の製造方法により製造された生分解性の組成物は、前記生分解

50

性のワックスに前記生分解性の樹脂が相溶しており、各成分のドメインがほとんどないため、これを用いて生分解性のフィルム等の基材の表面に造膜して積層フィルムを形成し、該積層フィルムに延伸成形を施しても前記生分解性の層が均一に延伸されやすい。従って、延伸成形の前後において、防湿性に大きな低下がない優れた防湿積層フィルムを得ることができる。

#### 【0024】

本発明の製造方法により製造された生分解性の組成物は、生分解性の他に、防湿性、基材との接着性に優れる点から、積層フィルムの防湿層を形成する組成物のほか、紙容器や生分解性樹脂容器等の防湿コート剤等に用いることができる。

#### 【0025】

次に、本発明の生分解性のフィルムの製造方法について説明する。

本発明の生分解性のフィルムは、前記本発明の生分解性の組成物に延伸操作を施すことにより得ることができる。この延伸操作は、延伸可能な基材フィルムに該組成物を造膜した後、該基材フィルムとともに行うことが好ましい。

#### 【0026】

前記基材フィルムの材質に特に制限はないが、所望の延伸性を有し且つ得られる積層フィルムを生分解性とする観点からポリカプロラクトン、ポリエチレンサクシネート等の生分解性樹脂又はこれらの混合物若しくは共重合体からなるフィルムが好ましい。

#### 【0027】

前記基材フィルムへの前記組成物の造膜方法に特に制限はなく、基材フィルムの片側に前記組成物を造膜してもよく、二枚の基材フィルムで前記組成物を挟み、必要に応じ所定温度に加熱しながら加圧してそれらの間に該組成物の層を造膜してもよい。

#### 【0028】

本発明により製造された生分解性のフィルムは、延伸成形を施してもその防湿性が殆ど低下することがなく、すぐれた防湿性を有している。

#### 【0029】

#### 【実施例】

以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。なお、本発明は本実施例に何等制限されるものではない。

#### 【0030】

下記実施例及び比較例のようにして生分解性の組成物を作製した。そして、得られた生分解性の組成物を用いて、下記のように積層フィルム（生分解性のフィルム）を作製し、その防湿性及び接着強度を評価した。それらの結果を表1に示す。

#### 【0031】

#### 〔実施例〕

天然ゴムラテックス（住友ゴム（株）製、脱蛋白天然ゴムラテックス、固形分60%）200gをビーカーに入れ、110℃、窒素気流、-500mmHgの真空乾燥機で12時間加熱して水分を揮散させ、固形の未加硫脱蛋白天然ゴム（以下単に天然ゴムという）を得た。得られた天然ゴム2gを、溶媒（n-ヘプタン）38g中に入れてマグネティックスターラーによって常温下で7日間攪拌し、該天然ゴムを溶解させた後、さらにマイクロクリスタリンワックス（日本精蠟（株）製、「Hi-Mic-1070」、融点79℃）18gを加え、70℃に加熱してさらに1時間攪拌し、該ワックスを溶解させた。そして、110℃、窒素気流、-500mmHgの真空乾燥機に3時間入れて前記溶媒を揮散させ、ワックス90重量部と天然ゴム10重量部とからなる生分解性の組成物を得た。

#### 【0032】

#### 〔比較例〕

ワックスエマルジョン（日本精蠟（株）製、EMUSTAR-0494、固形分39.8%、固形分としてのワックスは実施例と同じ品番「Hi-Mic-1070」）113gと、天然ゴムラテックス（住友ゴム（株）製、脱蛋白天然ゴムラテックス、固形分60%）8.5gをビーカーに入れ、マグネティックスターラーを用いて常温下で1時間攪拌し

10

20

30

40

50

た。そして、混合物を110℃、窒素気流下、-500mmHgの真空乾燥機で12時間加熱して水分を揮散させ、ワックス90重量部と天然ゴム10重量部が混合した生分解性の組成物を得た。

# 【0033】

## 〔透湿度の評価〕

二枚の生分解性フィルム（ポリカプロラクトンとポリエチレンサクシネートとのポリマーブレンド、ダイセル化学（株）製、セルグリーンPHB05、厚さ100μm、20×15cm）の間に前記生分解性の組成物4gを挟み、さらにその外側からシリコーン樹脂で易剥離性処理を施したポリエステルフィルムをその処理面を対向させるようにして挟み、85℃に設定したヒートプレス機で加圧し、生分解性フィルムの間に前記生分解性の組成物からなる層（厚み140μm）を有する全厚み340μmの積層フィルムを得た。得られた積層フィルムから直径70mmの円盤状の試験片を切り出し、カップ法（JIS Z 0208）に従って、40℃、90%RHの雰囲気中で、透湿度を測定し、成形前の透湿度とした。

10

# 【0034】

さらに、得られた積層フィルムを真空成形法によってパルプモールド製のカップ（表面積300cm<sup>2</sup>、内容積520cm<sup>3</sup>）の内面に面積延伸倍率4倍で被覆させた。そして、カップ内に塩化カルシウム50gを入れて密封した後、40℃、90%RHの雰囲気中で、1週間放置してその重量増加を測定した。別に塩化カルシウムを入れずに密封したカップを用意し、同様にして測定した重量増加をカップ自体の吸湿による重量増加とし、塩化カルシウムを入れたカップの重量増加から差し引いたうえで、一日当たりの重量増加をカップ表面積で除した値を成形後の透湿度とした。

20

# 【0035】

## 〔接着強度の評価〕

得られた積層フィルムから50×20mmの試験片を作製した。そして、この試験片の長さ方向の一端部側で、重ね合わされた二枚の生分解性フィルムを約10mm剥がしてそれぞれチャックで挟持し、22℃の雰囲気中で、引張試験機（オリエンテック社製、テンシロン）で引張速度20mm/分で引っ張ったときの最大引張荷重を求め、これを接着強度とした。

# 【0036】

30

## 〔表1〕

	透湿度(g/m <sup>2</sup> ・day)		接着強度(N)
	成形前	成形後	
実施例	6.9	6.7	2.0
比較例	9.9	28.3	0.2

# 【0037】

表1に示すように、実施例により得られた生分解性の組成物からなる層を有する積層フィルムは、比較例のフィルムに比して、延伸成形前後における防湿性に殆ど変化がなかった。また、接着強度も比較例より大きかった。本実施例の方法により製造した生分解性の組成物によれば、防湿性及び接着性に優れる生分解性フィルムを製造し得ることが確認された。

40

# 【0038】

## 〔発明の効果〕

本発明によれば、基材フィルムの表面に造膜した後に該フィルムとともに延伸成形を施してもその防湿性の低下を抑えることができ、且つ該基材フィルムとの接着性に優れる生分解性の組成物の製造方法が提供される。

---

フロントページの続き

F ターム(参考) 4F071 AA10 AA11 AA12 AA71 AF08 AF09 AF52 AF58 AH04 BA02  
BBO2 BB07 BC01  
4J002 ACO1W ACO6W AE03X AE04X AE05X CF03W CF18W CF19W CH02W EA016  
GG02  
4J200 AAO2 AA06 BA07 BA10 BA13 BA14 BA17 BA18 CA01 DA17  
EA11 EA12 EA13

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**